

Measuring foam formation and dissociation characteristics of liquids - using impact plate and tulip-shaped element in liquid circuit to achieve max. homogenisation and required temp

Patent number: DE4036344
Publication date: 1992-05-21
Inventor: SCHRAMM GEBHARD DIPL ING (DE); SCHREIBER-WOLKE EUGEN DIPL ING (DE)
Applicant: HAAKE GMBH GEB (DE)
Classification:
- **International:** B67D1/04; G01N11/00; G01N13/02; G01N15/00; G01N33/18
- **European:** G01N13/00; G01N33/18
Application number: DE19904036344 19901115
Priority number(s): DE19904036344 19901115

Abstract of DE4036344

A method of measuring the foam formation and dissociation properties of liquids involves circulating a test liquid in a liquid circuit between a temp. controlled, vertical cylindrical vessel (8), a connecting tube (7), pump (1), heat exchanger (2) and capillary (4). The flow is disturbed and mixed by an impact plate (5) perpendicular to the flow direction and a tulip-shaped vessel (6) to condition the liquid to a maximum degree of homogeneity of all liquid components and bring it to a defined desired temp. at which it is maintained. ADVANTAGE - Enables suitable homogenisation of test liquid in automated, repeatable measurement process involving a computer.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



DEUTSCHES
PATENTAMT

- 21 Aktenzeichen: P 40 36 344.9-52
22 Anmeldetag: 15. 11. 90
23 Offenlegungstag: 21. 5. 92
26 Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 20. 11. 97

51 Int. Cl.®:
G 01 N 33/00
G 01 N 11/00
G 01 N 13/02
G 01 N 15/00
B 67 D 1/04
G 01 N 33/18
G 01 N 33/14

DE 40 36 344 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:

Schramm, Gebhard, Dipl.-Ing., 7500 Karlsruhe, DE

72 Erfinder:

Schramm, Gebhard, Dipl.-Ing., 76139 Karlsruhe, DE;
Schreiber-Wolke, Eugen, Dipl.-Ing. (FH), 76287
Rheinstetten, DE

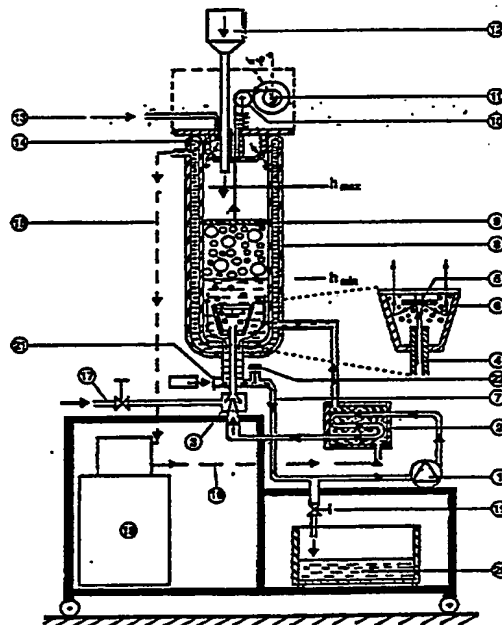
56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE 30 22 848 A1
DE 84 02 933 U1

HEIDEMEYER: »Das Schaumverhalten
wassergemischter Kühlschmierstoffe« in:
Schmiertechnik und Tri- bologie, 25. Jg., 5/1978;

54 Meßverfahren und Meßinstrument zur Bestimmung des Schaumbildungs- und -zerfallverhaltens von Flüssigkeiten

- 57 Meßverfahren zur Bestimmung des Schaumverhaltens von schäumbaren Flüssigkeiten mit den folgenden Schritten:
- Einleiten eines bestimmten Volumens der schäumbaren Flüssigkeit in ein Gefäß (8)
 - homogenisieren und temperieren der schäumbaren Flüssigkeit in einem Flüssigkeitskreislauf bestehend aus dem temperierbaren, vertikal angeordneten Gefäß (8), einer Rohrleitung (7) zwischen einer Öffnung im Boden des Gefäßes (8), einer Umwälzpumpe (1), einem Wärmetauscher (2) und einer durch die Öffnung im Boden des Gefäßes (8) in dieses Gefäß hineinragenden, gegen die Prallplatte (5) gerichteten Kapillare (4);
 - nach einer vorgegebenen Zeit verschäumen der eingefüllten Flüssigkeitsprobe während ihres Umwälzens im Flüssigkeitskreislaufes durch Öffnen eines Ventils (17) in einem seitlichen Schlauchanschluß vor der Kapillare (4), so daß durch die Kapillare (4) ein Gas in den Flüssigkeitskreislauf eingebracht wird
 - bestimmen der Schaumhöhe im Gefäß (8) durch die vertikale Lage einer an einem Seil im Gefäß (8) hängenden Höhensensorplatte (9), die mit regelbarer Gewichtsentslastung auf dem Schaum aufliegt;
 - schließen des Ventils (17), wenn die maximale Schaumhöhe erreicht ist.
 - bestimmen der Schaumhöhe im Gefäß (8) während des Schaumzerfalls durch Messen der vertikalen Lage der Höhensensorplatte (9);
 - ablassen der schäumbaren Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitskreislauf;
 - reinigen aller Oberflächen der Vorrichtung, die mit dem Flüssigkeitskreislauf in Berührung kommen, durch Einbringen und Umwälzen einer Reinigungsflüssigkeit.



DE 40 36 344 C 2

Beschreibung

Schäume sind Dispersionen von Flüssigkeiten und Gasen, wobei die Gasblasen durch dünne Flüssigkeitsfilme von einander getrennt sind. Schäume stellen ein instabiles Zweiphasensystem dar, das nach seiner Erzeugung mehr oder weniger schnell zerfällt. Dabei fließt die Flüssigkeit aus den Flüssigkeitslamellen ab, die Lamellen reißen auf und die Gasblase zerfällt. Die Entstehung von über einen längeren Zeitraum stabilen Schäumen bedingt einen Zusatz von oberflächenaktiven Substanzen wie z. B. Tensiden zu reinen Flüssigkeiten, die die Oberflächenspannung der Flüssigkeit an den Lamellenoberflächen beeinflussen. Ein wichtiger Faktor bei der Schaumbildung ist die Viskosität und die Elastizität der Flüssigkeit und deren augenblickliche Temperatur. Hinzu kommt die Forderung nach einer optimalen Homogenität einer schäumbaren Flüssigkeit während der Schäumphase, d. h. daß auch in dünnen Lamellen als Trennwände zwischen den Gasblasen sich alle Mischungskomponenten der Flüssigkeit in dem vorgegebenen Verhältnis finden.

Schäume lassen sich in der Praxis herstellen durch das Entgasen von in der Flüssigkeit unter Druck gelösten Gasen, wenn diese Flüssigkeiten — z. B. Bier — in einen drucklosen Raum entleert werden. Üblicher ist das mechanische Erzeugen von Schaum z. B. durch Versprühen einer schäumfähigen Flüssigkeit, wobei die zur Schaumbildung erforderliche Luft von den versprühten Flüssigkeitsstrahlen aufgesogen wird. Die Schaumbildung kann unterstützt werden, wenn der versprühte Strahl zusätzlich noch auf eine quergestellte Prallplatte auftritt und dort intensiv mit der Umgebungsluft vermischt wird. Der Lufteintrag läßt sich in eine Flüssigkeit auch dadurch erreichen, daß Gase und Flüssigkeiten gleichzeitig durch lange, dünne Kapillaren bei hoher Strömungsgeschwindigkeit und ausgeprägter Turbulenz gepreßt werden und es dabei zur Verschäumung kommt. Bekannt sind auch Schäumungsmethoden, bei denen Luft durch die Achse eines Rührers geleitet und beim Austreten durch radiale Bohrungen mit der gerührten Flüssigkeit verquirlt wird. Schaum entsteht auch, wenn Luft durch eine Siebplatte von unten in ein mit Flüssigkeit gefülltes Gefäß gedrückt oder gesaugt wird.

Für das Entstehen und Zerfallen von Schäumen sind neben der Zusammensetzung der schäumbaren Flüssigkeit und der Art des eingesetzten Gases die mechanischen und thermischen Rahmenbedingungen entscheidend. Hierzu gehört ganz wesentlich die sogenannte Konditionierungsphase einer schäumbaren Flüssigkeit, in der diese, noch abgeschlossen von dem später zuzuführenden Gas, intensiv gemischt und auf die vorgesehene Versuchstemperatur gebracht wird. Bei vielen schäumbaren Flüssigkeiten kann die optimale Homogenität aller Mischungskomponenten nur durch zum Teil recht lange Konditionierungsphasen von bis zu 60 min erreicht werden. Ein erneutes Konditionieren wird erforderlich, wenn die Flüssigkeit bei Mehrfachzyklen von Schaumaufbau und Schaumzerfall zeitweilig zur Ruhe kommt. Dies wird bedingt durch die Neigung von z. B. Tensiden zur Mizellbildung. Viele Tenside eingemischt z. B. in Wasser haben die Eigenschaft, daß ihre Moleküle sich in der ruhenden Flüssigkeit zu Mizellen — Molekülaggregaten — zusammenschließen, in denen sie eine geringere oberflächenaktive Wirkung ausüben, als wenn die Moleküle nach Auflösung der Mizellen bei hoher Strömungsgeschwindigkeit wieder einzeln ihre Wirkung ausüben können.

Neben der Länge der Konditionierungsphase kommt der Intensität der Durchmischung eine besondere Rolle zu. Wird die Flüssigkeit während der Konditionierung in einem Kreislauf von einer Umwälzpumpe gefördert, so sind wichtige Konditionierparameter der im Flüssigkeitskreislauf wirksame Druck und damit die Geschwindigkeit im Flüssigkeitskreislauf sowie die Temperatur der Flüssigkeit. Ein hoher Druck beeinflusst durch die Intensität der Durchmischung, die Porengröße und Poren gleichmäßigkeit und damit das Schaumvolumen, die Schaumbildungs- und Schaumzerfallgeschwindigkeit. Ein "Nur Schütteln" in einem Becherglas oder nur ein langsames Verquirlen erfüllen in keiner Weise die Anforderung an ein ausreichendes Konditionieren und an Versuchsergebnisse, die relevant sind für Produktionsbedingungen, bei denen Flüssigkeit und Gase bei hohem Energieeintrag vermischt werden.

Wird für diese Durchmischung in erster Linie das Durchströmen durch eine Kapillare vorgesehen, so ist die Strömungsgeschwindigkeit durch die Kapillare ein wesentlicher Versuchsparameter, dessen kontrollierte Veränderung wesentliche Aussagen zum Schaumverhalten der schäumbaren Flüssigkeit macht. Das gleiche gilt auch von der geregelten Zufuhr des Schäumgases nach Art und Volumenstrom durch Unterdruck oder durch Überdruck im Bereich einer in den Flüssigkeitskreislauf eingebauten Wasserstrahlpumpe. Der durch die Kapillare tretende Gas/Flüssigkeitsstrahl kann durch eine zusätzliche Prallplatte und ein weiteres Umlenken der Flüssigkeitsströmung an einer trichterförmigen Fläche zusätzlich vermischt werden. Dadurch läßt sich auf die Porigkeit des Schaumes Einfluß nehmen.

Stand der Technik zur Bestimmung von Schaumaufbau- und zerfallverhalten von Schäumen.

— Ein bisher übliches Meßverfahren (siehe: Heidemeyer "Das Schaumverhalten wassergemischter Kühlschmierstoffe", in Schmiertechnik und Tribologie, 25 Jahrgang 5/1978) zur Bestimmung des Schaumaufbau- und Schaumzerfallverhaltens von schäumbaren Flüssigkeiten erfordert ein Schütteln von Hand eines mit der schäumbaren Flüssigkeit gefüllten transparenten, skalierten Meßzylinders. Die Höhe des durch das Schütteln erzeugten Schaumes wird an der Skalierung abgelesen und dieser Wert notiert. Nach einer vorgegebenen Zeit wird die verbleibende Höhe des Schaumes erneut abgelesen und durch die Höhenabnahme die Schaumzerfallgeschwindigkeit charakterisiert. Die gewonnenen Meßergebnisse sind hochgradig von menschlichen Einflüssen bestimmt und dadurch wenig reproduzierbar. Es ist keine Temperierung des Meßzylinder vorgesehen und die Energie zum Durchmischen von Flüssigkeit und Gas ist gering und somit ist der Schaumprozeß praxisfern.

— Ein zweites Verfahren (siehe: Heidemeyer "Das Schaumverhalten wassergemischter Kühlschmierstoffe", in Schmiertechnik und Tribologie, 25 Jahrgang 5/1978) läßt aus einem unter einem definierten Überdruck gesetztem Behälter durch eine vertikale Düse die schäumbare Flüssigkeit von oben in einen darunter stehenden skalierten, transparenten Meßzylinder austreten. Der Flüssigkeitsstrahl nimmt beim Auftreten auf den Zylinderboden Luft auf, was zum Schäumen führt. Es wird wie oben die Höhe des erreichten Schaumniveaus innerhalb einer vorgegebenen Zeitperiode bestimmt und notiert. Wird danach der weitere Zulauf an schäumba-

rer Flüssigkeit unterbrennen, kann der Abfall des Schaumniveaus innerhalb einer hierfür vorgesehenen Zeit ermittelt werden. Dies zweite Verfahren verzichtet auf das nicht reproduzierbare Schütteln von Hand des Meßzylinders des ersten Verfahrens und ergibt durch den meßbaren, vorgegebenen Druck besser reproduzierbare Meßwerte. Da der Meßzylinder nicht temperiert ist, ergeben sich schon beim üblichen Schwankungen der Raumtemperatur wesentliche temperaturbedingte Meßwerttoleranzen. Es wird der Einfluß der Mizellbildung durch das mangelnde Konditionieren vernachlässigt.

— Meßverfahren und Meßinstrument zur Bestimmung der Schaumeigenschaften von Schmierölen
— Standard Test Method of Foaming Characteristics of Lubricating Oils-ASTM D893-IP146 und DIN 51566.

Bei diesem Verfahren wird die schäumbare Flüssigkeit in einem temperierten Badgefäß auf die Solltemperatur gebracht. Von oben ragt in das Badgefäß ein Glasrohr bis in die Nähe des Gefäßbodens, das durch eine poröse Glasfritte verschlossen ist. Durch das Rohr und die Fritte wird ein definierter Volumenstrom an Luft geleitet, der in der Fritte vielfach aufgeteilt wird. Beim Aufsteigen der Luftblasen durch die schäumbare Flüssigkeit wird Schaum gebildet. Es wird die Höhe des entstehenden Schaumes nach einer vorgegebenen Zeit bestimmt und nach Abschalten des Luftvolumenstromes die Schaumresthöhe nach einer vorgegebenen Schaumzerfallszeit von z. B. 10 min. gemessen. Nachteil dieses Meßverfahrens ist es u. a., daß das Durchmischen von Flüssigkeit und Luft ohne bedeutsamen Energieeintrag erfolgt, überwiegend große Schaumblasen entstehen. Der entstehende Schaum ist nur bedingt praxisnah, das heißt er entspricht z. B. nicht dem in Motorgetrieben auftretenden, mehr feinporigen Öl/Luft-Schaum. Die Meßwertregistrierung erfolgt von "Hand". Ein Konditionieren der schäumbaren Flüssigkeit vor Schaumbeginn ist nicht vorgesehen.

— Ein speziell für das Schaumverhalten von Bier entwickeltes Meßverfahren und Vorrichtung wird in DE 30 22 848 A1 beschrieben:

Das Bier aus einer Flasche wird in einen graduerten, temperierten Glaszylinder gegossen. Auf Grund der in der Bierflasche unter Druck stehenden und somit im Bier gelösten Kohlensäure kommt es nach dem Ausgießen im Meßzylinder zum Aufschäumen. Der Meßzylinder ist längs seiner Höhe beidseitig mit einer Vielzahl von in Reihe angeordneten, punktförmigen Lichtquellen und jeweils auf gleicher Höhe mit Lichtempfängersensoren ausgerüstet. Der Lichtdurchtritt vom Sender zum Empfänger wird durch den entstehenden Schaum verändert, was jeweils bezogen auf ein Sender/Empfängerpaar registriert wird. Aus den Signalen der auf verschiedenen Höhen angeordneten Sensoren kann in Ablauf der Versuchszeit auf die Schaumbildung und danach auf den Schaumzerfall geschlossen werden. Alternativ kann auch ein Paar eines Lichtstrahlers und -Empfängers auf einer vertikal beweglichen Meßplattform so auf und ab automatisch verfahren werden, um jeweils das oberste Schaumniveau durch den dadurch hervorgerufenen, gegenüber dem schaumlosen Zustand veränderlichen Lichtdurchgang zu bestimmen. Die-

ses Meßverfahren beruht allein auf dem Schäumen durch das im Bier gelöste Treibgas und es ist für andere schäumfähige Flüssigkeiten ohne gelöste Gase nicht einsetzbar.

— Meßgerät zur Bestimmung des Schaumvolumens und der Schaumhaltbarkeit von Bier — Gebrauchsmuster DE 84 02 933 U1.

Bei der erwähnten Vorrichtung wird Bier in einen graduerten Meßzylinder eingefüllt und die Schaumbildung durch die im Bier vorhandene Kohlensäure mit Hilfe von Ultraschall durch eine unter dem Boden des Meßzylinders angeordnete Ultraschallquelle initiiert. Bei dem entstehende Schaum wird nach einer vorgegebenen Zeitfrist die bis dahin erreichte Höhe abgelesen und danach entsprechend die Restschaumhöhe nach Ende der vorgegebenen Schaumzerfallszeit bestimmt. Dieses sehr einfache Meßverfahren ist nicht automatisierbar und auf andere schäumbare Flüssigkeiten außer Bier kaum übertragbar.

— Prüfverfahren für Tenside und Textilhilfsmittel zur Bestimmung des Schäumvermögens nach DIN 53902:

Bei diesem Verfahren wird der Schaum durch ein 30 Sekunden langes Schlagen der schäumbaren Flüssigkeit in einem Standzylinder mit einer an einem Stiel befestigten gelochten Platte erzeugt. Dabei wird diese Lochplatte wie ein Motorkolben im Zylinder auf und ab bewegt, wobei er kurzzeitig über den oberen Rand der Flüssigkeit herausgehoben wird. Beim jeweiligen erneuten Eintauchen in die Flüssigkeit wird durch die kolbenartige Platte Luft schlagartig in diese Flüssigkeit eingetragen, was zur Schaumbildung führt. Der im Meßzylinder entstehende Schaum wird nach Ende der vorgegebenen Schlagzeit in seiner Höhe bestimmt und danach nach Stillsetzen der Kolbenschlagbewegung die Restschaumhöhe nach einer vorgegebenen Zerfallszeit bestimmt. Aus den Schaumhöhenwerten wird auf die entsprechenden Schaumvolumina gerechnet und diese mit denen von Standard-Tensidlösungen verglichen.

— Das "VSI-Schaumprüfgerät" (VSI = Verband der Schmierfettindustrie) wurde von diesem Verband zur Entwicklung, Herstellung und Vertrieb speziell für die Untersuchung des Schaumverhaltens von wassermischbaren Kühlschmierstoffen an einen Hersteller von Meßinstrumenten in Auftrag gegeben. Hierzu liegt ein DIN-Entwurf 51395-1 vor:

Aus einem temperierbaren Badgefäß von über 5 l Volumen, in dem ein hoher einfacher, vertikal aufgestellter Glaszylinder auf einer Prallplatte mittig angeordnet ist, wird die schäumbare Flüssigkeit über eine Umwälzpumpe aus dem Bad abgesaugt und über eine Spritzdüse von oben in den Glaszylinder bei variabel einstellbarem Druck bis maximal 1,5 bar gefördert. Beim Aufprallen des Duschstrahles auf der Prallplatte kommt es zur Bildung von Schaum, der im Glaszylinder hochsteigt. In den Glaszylinder ragen von oben drei vertikal angeordnete Sensorenstifte, deren Enden einen unterschiedlichen Abstand zum Niveau der Badflüssigkeit im Glaszylinder/Badgefäß aufweisen. Bei Untersuchung von elektrisch leitfähigen, schäumbaren Flüssigkeiten wie z. B. wassermischbaren Kühlschmierstoffen und aus ihnen resultierenden Schäumen wird mit Erreichen des von unten aufsteigen-

den Schaumes an den drei unterschiedlich hoch angeordneten Sensoren ein Meßsignal ausgelöst. Dieses wird registriert in Abhängigkeit von der Versuchszeit, wodurch sich eine Treppenstufenkurve mit den drei Meßsignalen als Ordinatenstufen ergibt, durch die das Schaumaufbauverhalten gekennzeichnet wird. Wird nach Erreichen des dritten Höhensensors die Umwälzpumpe abgestellt, so kann entsprechend durch eine abfallende Treppenstufenkurve der Abfall des Schaumes von dem dritten, dem zweiten und dem ersten Sensor und somit das Schaumzerfallverhalten der schäumbaren Flüssigkeit bestimmt werden. Durch ein umschaltbares Magnetventil kann der Förderstrom der Pumpe anstelle durch die Spritzdüse auch zeitweilig direkt zurück in das Badgefäß umgeleitet werden, womit die schäumbare Flüssigkeit ohne Schäumen im Kreislauf gefördert und eine Konditionierphase vorgegeben werden kann. Obwohl das Meßgerät die Folge der Verfahrensschritte von Konditionieren, Schäumen und Schaumzerfall nicht voll automatisiert, weist das VSI-Schaumprüfgerät wesentliche Vorteile gegenüber den vorher beschriebenen Meßverfahren auf: Es ermöglicht eine automatische Messung und Registrierung der Meßwerte, ermöglicht ein Konditionieren der schäumbaren Flüssigkeit und ein Messen bei Temperaturen in der Nähe der Raumtemperatur. Wesentliche Nachteile ergeben sich daraus, daß durch die Art des Höhensensors nur elektrisch leitfähige schäumbare Flüssigkeiten untersucht werden können — z. B. keine Mineralöle — und daß beim langsamen Zerfall von z. B. Tensidschäumen der leitfähige Kugelschaum sich in einen trockenen, nicht mehr leitfähigen Tetraederschäum verwandelt, der von den Höhensensoren nicht mehr als Schaum erfaßt wird, obwohl Schaum optisch sichtbar immer noch die Sensoren berührt. Beim Aufsteigen des Schaumes ergibt sich im allgemeinen eine "Berg und Tal"-Oberfläche der Schaumsäule im Glaszylinder, wodurch sich merkliche Meßwerttoleranzen von Versuch zu Versuch mit gleichen Proben bei der punktförmigen Abtastung der Schaumhöhe durch die Höhensensorstifte nicht vermeiden lassen. Als besonders nachteilig stellte sich heraus, daß das Reinigen der Meßapparatur nach Ablassen der schäumbaren Flüssigkeitsprobe von Resten dieser Probe an allen Wandungen der Meßapparatur sehr zeitaufwendig ist. Das Reinigen dieser Wandungen muß "von Hand" vorgenommen werden, so daß oft die Reinigungszeit länger ist als die eigentliche Meßzeit. Ungünstig ist auch die Einschränkung auf einen Temperaturbereich in der Nähe der Raumtemperatur und auf Drücke unterhalb des in vielen Fällen nicht praxisgerechten Wertes von 1,5 bar.

Aufgabe der neuen Erfindung ist es, ausgehend vom Stand der Technik die dort aufgezeigten Mängel abzustellen insbesondere in Bezug auf die erforderliche Homogenisierung der schäumbaren Flüssigkeit, ihre Temperierung zu verbessern, einen vielseitig einsetzbaren Höhensensor einzusetzen und das Verfahren zu optimieren und zu automatisieren.

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren mit den Merkmalen im Anspruch 1 und durch die Vorrichtung mit den Merkmalen im Anspruch 6.

Weiterbildungen des Verfahrens bzw. der Vorrichtung finden sich in den Ansprüchen 2 bis 5 bzw. 7 bis 16.

Die zu untersuchende schäumbare Flüssigkeit mit einem Volumen von vorzugsweise 0,5 bis 1 Liter wird durch den Trichter 12 in das doppelwandige, vorzugsweise aus Glas gefertigte Gefäß 8 mit einem vertikal angeordneten, vorzugsweise zylindrischen Innenraum eingefüllt. Sie läuft über die Rohrleitung 7 zur Umwälzpumpe 1 und steigt dann über den Wärmetauscher 2 und die Wasserstrahlpumpe 3 in die Kapillardüse 4 in das Gefäß 8 zurück. Durch Einschalten der Umwälzpumpe 1 wird die schäumbare Flüssigkeit im Kreislauf 1-2-3-4-8-7 kontinuierlich gefördert, ohne daß es in dieser Versuchsphase des Konditionierens zu einem Eintrag eines Gases kommen kann. Die durch die lange dünne Kapillare 4 mit hoher Strömungsgeschwindigkeit fließende schäumbare Flüssigkeit wird beim Aufprall auf die Prallplatte 5 intensiv verwirbelt, an die schrägen Flächen des tulpenförmig ausgebildeten Mantelrohres 6 geleitet, dort zum Fließen vertikal nach oben umgeleitet und hierbei erneut in Turbulenz versetzt. Umpumpen im beschriebenen Kreislauf während einer vorgegebenen, beliebig langen Konditionierdauer führt bei den zu untersuchenden Dispersionen von schäumbaren Flüssigkeiten zur intensiven Durchmischung aller Komponenten und zu einer optimalen Homogenität aller Dispersionskomponenten und erlaubt eine Temperierung sowohl beim Durchfluß durch den Wärmetauscher 2 sowie im Kontakt zu den doppelwandig ausgelegten Wandungen des Gefäßes 8 auf eine geforderte Versuchstemperatur. Eine Vorrichtung 18 gewährleistet, daß die Temperatur der schäumbaren Flüssigkeit während der Versuchsdauer konstant gehalten wird.

Durch Öffnen des Magnetventils 17 zu einem vorgegebenen Zeitpunkt kann mit Hilfe des in der Wasserstrahlpumpe 3 erzeugten Unterdrucks Luft oder anders geartete Gase in die durch die Kapillare strömende schäumbare Flüssigkeit eingebracht werden. In erster Linie beim schnellen Durchfließen der langen Kapillare 4 aber auch durch die Verwirbelung im Bereich der Prallplatte 5 und der Tulpe 6 ergibt sich aus der intensiven Verwirbelung einer schäumbaren Flüssigkeit mit der angesaugten Luft/Gas ein Schaum, der im Zylinderraum des Gefäßes 8 aufsteigt.

Es wird eine Vorrichtung vorgesehen, um mit Hilfe einer auf der Oberfläche des Schaumes gelagerten Scheibe — Höhensensorplatte 9 — und deren Positionsfeststellung die jeweilige Schaumhöhe zu messen. Es wird mit einer weiteren Vorrichtung das Gewicht der Höhensensorplatte 9 geregelt kompensiert, so daß nur ein der Festigkeit des Schaumes angepaßtes Restgewicht der Höhensensorplatte 9 wirksam bleibt. Eine beispielhafte technische Lösung wird wie folgt beschrieben:

Der zylindrische Innenraum des Gefäßes 8 wird nach oben abgeschlossen durch einen zentrierenden, mit einer Sprühkammer ausgerüsteten Deckel 14 mit einer mittigen Öffnung für ein sehr dünnes Stahltragseil, das eine scheibenförmige kompakte oder durch eine Vielzahl von Öffnungen durchbrochene Höhensensorplatte 9 in horizontaler Lage trägt. Dieses Tragseil wird oberhalb des Deckels 14 um eine Umlenkrolle 10 geführt und kann über die Seilführungsscheibe 11 und den mit ihr gekuppelten elektrischen Antrieb — nicht gezeigt, weil von der Seilführungsscheibe 11 abgedeckt — aufgewickelt werden. Mit Hilfe von diesem geregelten Antrieb kann die Höhensensorplatte 9 sowohl nach oben und nach unten bewegt werden. Das Gewicht der Höhensensorplatte 9 kann kompensiert werden durch ein System, bei dem die Umlenkrolle 10 federnd auf dem Deck-

kel 14 gelagert ist. Abhängig von der am Tragseil vertikal angreifenden Gewichtslast der Höhensensorplatte 9 ergibt sich ein elektronisch erfaßter Federweg, der verwendet werden kann für das Aufbringen einer der Gewichtskraft der Höhensensorplatte 9 entgegengesetzten Zugkraft. Das wirksame Restgewicht der Höhensensorplatte 9, das sich als Differenz vom echten Plattengewicht und der durch den an Seilführungsscheibe 11 angekuppelten Antrieb aufgebrachten Zugkraft ergibt, kann durch eine rechnerunterstützte, feinfühligere Regelung beliebig festgesetzt und dem Lasttragverhalten verschiedener Schäume angepaßt werden. Dieses Restgewicht kann in der Schaumaufbauphase auf einen anderen Wert eingestellt werden als in der Schaumzerfallphase, um der Fließgrenze des jeweiligen Schaumes Rechnung zu tragen. Wenn durch das Einleiten von Luft/Gas in die zirkulierende, schäumbare Flüssigkeit es zur Schaumbildung im Gefäß 8 kommt, wird die Höhensensorplatte 9 durch den Schaum angehoben. Damit kann die jeweilige Schaumhöhe im Gefäß 8 durch die Höhenposition der Höhensensorplatte 9 bestimmt werden. Zur kontinuierlichen Messung dieser Plattenposition dient ein inkrementaler Winkelgeber auf der Achse des elektrischen Antriebes, der die Winkelposition der das Tragseil aufwickelnden Seilführungsscheibe 11 auf der Antriebsachse bestimmt. Damit ist der gemessene Drehwinkel proportional zur Höhe der Höhensensorplatte 9 im Gefäß 8. In der Schaumbildungsphase wie in der Schaumzerfallphase wird vom Rechner die zeitliche Veränderung des Winkels bestimmt. Es kann diese Veränderung kontinuierlich oder zwischen vorgebbaren Höhengrenzwerten h_{\min} und h_{\max} erfaßt werden. Bei Erreichen des Maximalhöhenwertes h_{\max} wird durch Schließen des Magnetventils 17 eine weitere Schaumbildung unterbrochen. Zu diesem Zeitpunkt kann auch die Umwälzpumpe 1 stillgesetzt werden. Im Normalfall wird allerdings der Flüssigkeitskreislauf wie beim Konditionieren auch während der Schaumzerfallphase aufrecht erhalten. Der zu diesem Zeitpunkt sich im Gefäß 8 befindliche Schaum unterhalb der Höhensensorplatte 9 wird nun in die Schaumzerfallphase übergehen, in der der Schaum zerfällt und die Höhensensorplatte 9 sich entsprechend absenkt, deren Restgewicht den Schaumzerfall unterstützt. Die Höhensensorplatte 9 ist wahlweise durch Öffnungen durchbrochen, um ein Entweichen der aus zerfallenden Schaumblasen entweichenden Luft/Gas durch die Höhensensorplatte 9 hindurch zu erleichtern. Die Untersuchung des Schaumbildungs- und zerfallverhaltens einer zu untersuchenden, schäumbaren Flüssigkeit ist beendet, wenn die Höhensensorplatte 9 den Höhengrenzwert h_{\min} wieder erreicht hat.

Die eigentliche Versuchsphase wird durch eine zusätzliche Reinigungsphase ergänzt. Hierzu wird die schäumbare Flüssigkeit über den Abfluß mit dem Magnetventil 19 in die Auffangwanne 20 entleert und danach das Ventil 19 wieder geschlossen. Aus einer Sprühkammer des Deckels 14 wird dann über die geregelte Zuleitung 13 ca. 1 Liter von Wasser oder von einer geeigneten Reinigungsflüssigkeit an die Innenwandung des Gefäßes 8 gesprüht und diese damit gewaschen. Die Reinigungsflüssigkeit wird danach von der Umwälzpumpe 1 im Kreislauf gefördert und damit alle von der schäumbaren Flüssigkeit benetzten Oberflächen der Vorrichtung ebenfalls gereinigt.

Zuletzt wird auch die Reinigungsflüssigkeit durch den Abfluß mit dem Ventil 19 entleert. Ein solcher Reinigungszyklus kann bei Bedarf mehrfach vorgesehen werden. Mit dem Einleiten einer neuen schäumbaren Flüssigkeit

durch den Trichter kann dann ein erneuter Versuch gestartet werden.

Zusätzliche Einflußnahme auf Verfahrensparameter:
Das Schaumverhalten beim Schaumaufbau wie beim Schaumzerfall wird bei den meisten Dispersionen wesentlich beeinflusst von dem Druck, mit dem die schäumbare Flüssigkeit durch die Kapillare gefördert und an der Prallplatte 5 mit der Luft/dem Gas verwirbelt wird. Es wird vorgesehen, durch eine geeignete Druckregelung in der Förderleitung zur Kapillare 4 geregelt variable Drücke einstellen zu können. Desweiteren ist das Längen/Durchmesser-Verhältnis der Kapillare 4 eine wichtige Einflußgröße auf das Schaumvolumen und die Porengröße wie die Poren gleichmäßigkeit des Schaumes. Es wird daher vorgesehen, daß eine Auswahl von verschiedenen Kapillaren 4 mit unterschiedlichen Längen-Durchmesser-Verhältnissen zur Verfügung steht. Desweiteren ist die Temperatur der Flüssigkeit von besonderer Bedeutung für das Schaumverhalten. Es wird daher ein in den Flüssigkeitsstrom ragender Temperaturfühler 22 vorgesehen, dessen Temperaturwert dazu dient, um mit der Vorrichtung 18 die Temperatur der Flüssigkeit auf den Soll-Temperaturwert einzuregeln und auf diesem Wert während des Versuches konstant zu halten. Der Temperaturwert des Fühlers 22 kann auch auf einem Anzeigeinstrument dargestellt werden.

Desweiteren wird vorgesehen, daß anstelle der von der Wasserstrahlpumpe 3 frei oder nach ihrem Volumenstrom geregelten angesaugten Luft/Gas es ermöglicht wird, ein geregeltes Luftvolumen mit Überdruck über das Ventil 17 einzuleiten. Anstelle von Luft können dann auch Gase anderer Art zum Schäumen verwendet werden. Desweiteren ist es bei vielen Dispersionen wünschenswert, spezielle chemische Stoffe z. B. als Entschäumer auf ihre Wirksamkeit auf das Schaumverhalten zu untersuchen. Über die Zuleitung 22 können von Hand oder geregelt nach Zeitpunkt und Volumen solche Stoffe in die schäumbare Flüssigkeit zudosiert werden. Dieses Instrument ist ausgelegt für die Verwendung eines modernen Rechners, um Versuchsparameter vorzugeben, den Versuchszyklus inklusive der automatisierten Reinigungsphase zu steuern und zu überwachen. Der Rechner ermöglicht Wiederholungsmessungen beliebiger Anzahl an der jeweils gleichen Probe der schäumbaren Flüssigkeit, um — soweit erforderlich — die Einzelmeßdaten statistisch zu bewerten, Werte von mittlerer Standardabweichung zu ermitteln und alle Daten zu speichern. Der Rechner soll durch Vergleiche der Meßdaten mit "Standards" Entscheidungskriterien für die Qualitätskontrolle liefern und — so weit gewünscht — schäumbare Flüssigkeiten im Rahmen von Bewertungskriterien von "0" bis "100" zu klassifizieren:

0 = schäumt gar nicht; 100 = schäumt extrem stark
0 = zerfällt sofort; 100 = Schaum zerfällt nicht innerhalb von vorgebbaren Zeiträumen von Minuten oder von Stunden.

Patentansprüche

1. Meßverfahren zur Bestimmung des Schaumverhaltens von schäumbaren Flüssigkeiten mit den folgenden Schritten:

- Einleiten eines bestimmten Volumens der schäumbaren Flüssigkeit in ein Gefäß (8)
- homogenisieren und temperieren der schäumbaren Flüssigkeit in einem Flüssigkeitskreislauf bestehend aus dem temperierbaren, vertikal angeordneten Gefäß (8), einer

Rohrleitung (7) zwischen einer Öffnung im Boden des Gefäßes (8), einer Umwälzpumpe (1), einem Wärmetauscher (2) und einer durch die Öffnung im Boden des Gefäßes (8) in dieses Gefäß hineinragenden, gegen die Prallplatte (5) gerichteten Kapillare (4);

— nach einer vorgegebenen Zeit verschäumen der eingefüllten Flüssigkeitsprobe während ihres Umwälzens im Flüssigkeitskreislaufes durch Öffnen eines Ventils (17) in einem seitlichen Schlauchanschluß vor der Kapillare (4), so daß durch die Kapillare (4) ein Gas in den Flüssigkeitskreislauf eingebracht wird

— bestimmen der Schaumhöhe im Gefäß (8) durch die vertikale Lage einer an einem Seil im Gefäß (8) hängenden Höhensensorplatte (9), die mit regelbarer Gewichtsentlastung auf dem Schaum aufliegt;

— schließen des Ventils (17), wenn die maximale Schaumhöhe erreicht ist.

— bestimmen der Schaumhöhe im Gefäß (8) während des Schaumzerfalls durch Messen der vertikalen Lage der Höhensensorplatte (9);

— ablassen der schäumbaren Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitskreislauf;

— reinigen aller Oberflächen der Vorrichtung, die mit dem Flüssigkeitskreislauf in Berührung kommen, durch Einbringen und Umwälzen einer Reinigungsflüssigkeit.

2. Meßverfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, daß als Gas Luft verwendet wird.

3. Meßverfahren nach Anspruch 1 und 2 dadurch gekennzeichnet, daß die Umwälzpumpe (1) geregelt variable Drücke liefert.

4. Meßverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3 dadurch gekennzeichnet, daß die Reinigungsphase jeweils mit neuem Wasser oder Reinigungsflüssigkeit mehrfach wiederholt wird, bis der gewünschte Reinigungseffekt erreicht ist.

5. Meßverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4 dadurch gekennzeichnet, daß das zur Schaumbildung erforderliche Gas alternativ durch Unterdruck durch eine vor der Kapillare (4) angeordnete Wasserstrahlpumpe (3) oder unter geregelterm Überdruck über das Ventil (17) und eine Zuleitung in den Flüssigkeitskreislauf vor Eintritt in die Kapillare (4) eingeführt wird.

6. Vorrichtung zur Bestimmung des Schaumverhaltens von schäumbaren Flüssigkeiten, insbesondere zur Durchführung des Meßverfahrens nach Anspruch 1,

— mit einem Flüssigkeitskreislauf bestehend aus einem temperierbaren, vertikal angeordneten Gefäß (8), einer Rohrleitung (7) zwischen einer Öffnung im Boden des Gefäßes (8), einer Umwälzpumpe (1), einem Wärmetauscher (2) und einer durch die Öffnung im Boden des Gefäßes (8) in dieses Gefäß hineinragenden, gegen die Prallplatte (5) gerichteten Kapillare (4);

— mit einem Ventil (17) in einer Zuleitung, die vor der Kapillare (4) in den Flüssigkeitskreislauf einmündet;

— mit einer im Gefäß (8) an einem Tragseil hängenden Höhensensorplatte (9), deren Gewicht geregelt entlastet ist und die im Gefäß (8) die Höhe des Schaumes abtastet.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6 dadurch gekennzeichnet,

daß die schäumbare Flüssigkeit mit dem Wärmetauscher (2) und der Temperierkammer des Gefäßes (8) durch Anschluß an einen Umwälzthermostaten (18) und mit Schlauchverbindungen (15), (16) auf eine beliebige Versuchstemperatur temperiert werden kann.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 oder 7 dadurch gekennzeichnet, daß im Flüssigkeitskreislauf ein Temperatursensor (22) angeordnet ist.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8 dadurch gekennzeichnet, daß im Flüssigkeitskreislauf in Strömungsrichtung vor der Kapillare (4) eine Wasserstrahlpumpe (3) angeordnet ist, die über eine Zuleitung mit dem Ventil (17) verbunden ist.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9 dadurch gekennzeichnet, daß mit der Umwälzpumpe (1) im Flüssigkeitskreislauf geregelt variable Drücke einstellbar sind.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 10 dadurch gekennzeichnet, daß das Tragseil der Höhensensorplatte (9) über eine mit einer Meßfeder gegen das Gefäß (8) abgestützte Umlenkrolle (10) und eine Seilführungsscheibe (11), die achsgleich mit einem Drehwinkelinkrementalgeber und einem elektrischen Antrieb verbunden ist, geführt ist.

12. Vorrichtung nach Anspruch 11 dadurch gekennzeichnet, daß durch das Meßsignal der die Umlenkrolle (10) abstützenden Meßfeder das Gewicht der Höhensensorplatte (9) bestimmbar ist und dieses Meßsignal dazu dient, mit Hilfe des elektrischen Antriebes eine geregelte Gewichtskompensation für die Höhensensorplatte (9) vorzunehmen.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 12 dadurch gekennzeichnet, daß der elektrische Antrieb eine variabel geregelte Zugkraft über das Tragseil auf die Höhensensorplatte (9) ausübt, so daß die Gewichtskompensation der Höhensensorplatte (9) unterschiedlich für die Schaumaufbau- und die Schaumzerfallsphase einstellbar ist.

14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 13 dadurch gekennzeichnet, daß die Höhensensorplatte (9) geschlossen oder mit geeigneten Durchbrüchen in der Platte ausgebildet ist.

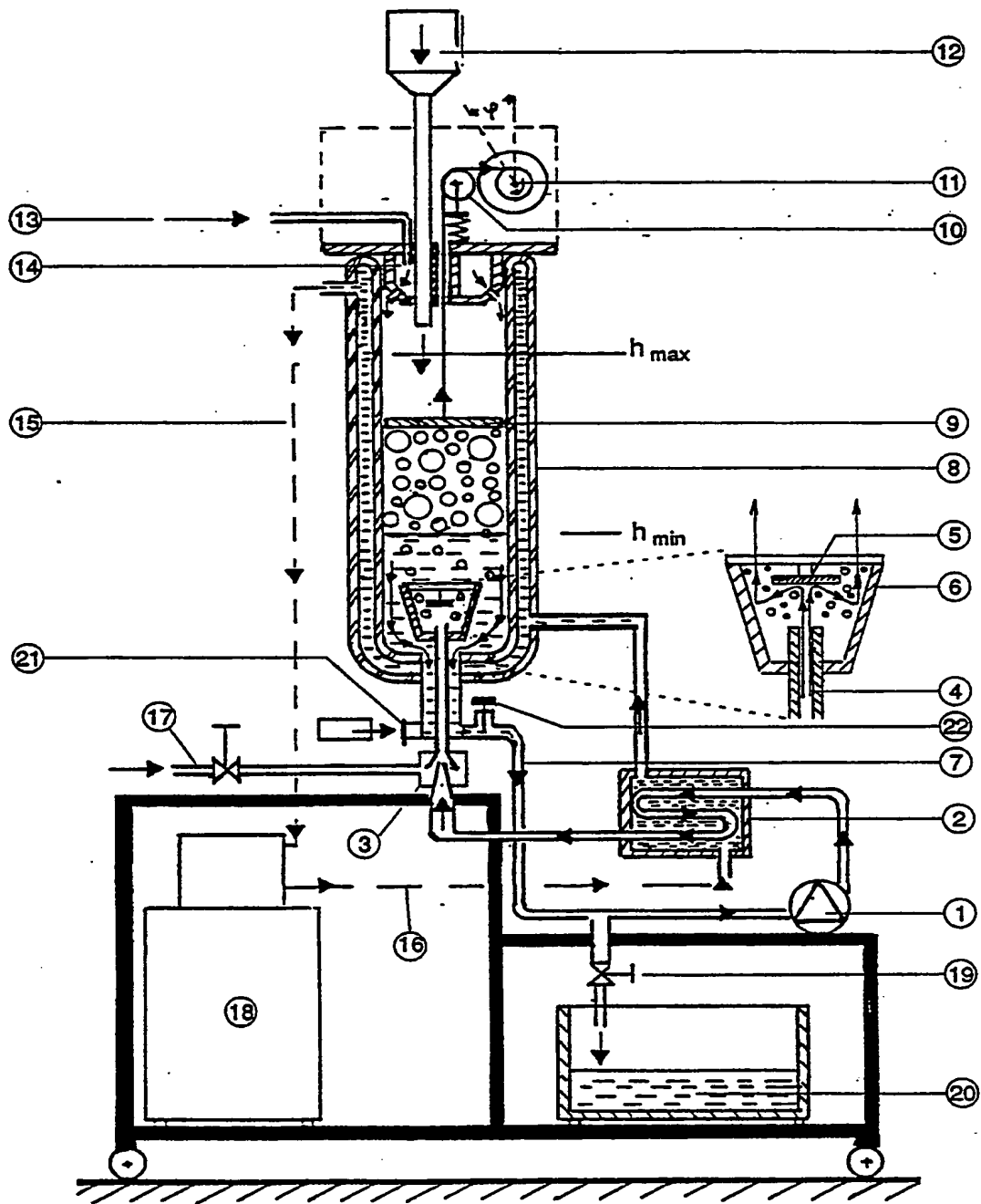
15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 14 dadurch gekennzeichnet, daß ein Deckel (14) mit einem zentrierenden Ansatz in das Gefäß (8) reicht, der kammerförmig ausgebildet ist und eine Vielzahl von zur Wandung des Gefäßes (8) gerichtete Bohrungen aufweist, so daß Reinigungsflüssigkeit in das Gefäß (8) eingebracht werden kann.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 15 dadurch gekennzeichnet, daß ein Zugabestutzen (21) in den Flüssigkeitskreislauf vorgesehen ist, über den geregelt nach Zeitpunkt und Volumen den Schaum beeinflussende Stoffe der schäumbaren Flüssigkeit zugebar sind.

17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 16 dadurch gekennzeichnet, daß ein Rechner vorgesehen ist, der den Versuchszyklus der Vorrichtung inklusive der Reinigungsphase steuert und die Meßdaten speichert.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -



THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)